

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-163141

(43)Date of publication of application : 19.06.1998

---

(51)Int.Cl. H01L 21/304  
B24B 37/00  
C09K 3/14

---

---

(21)Application number : 08-320640 (71)Applicant : FUJIMI  
INKOOPOREETETSUDO:KK  
(22)Date of filing : 02.12.1996 (72)Inventor : KODAMA KAZUSHI  
ITOU SANETOKI  
SUZUMURA SATOSHI

---

---

(54) COPPER POLISHING COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To increase the polishing rate of a Cu film with less scratch or dishing and improve the stability in time by using a polishing agent contg. abrasive materials selected among silicon dioxide, aluminum oxide, cerium oxide, silicon nitride and zirconium oxide, Fe (III) compd. and water.

SOLUTION: The polishing compsn. is prepared by mixing abrasive materials selected among silicon dioxide, aluminum oxide, cerium oxide, silicon nitride and zirconium oxide with water at desired ratio, dispersing and dissolving an Fe (III) compd. The dispersing or dissolving of these components in water may use e.g. a blade type stirrer to stir or ultrasonic dispersion. The Fe (III) compd. is a polishing accelerator for chemically accelerating the polishing action but must be dissolved in the compsn. and is pref. an Fe salt.

---

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 1 0 - 1 6 3 1 4 1

(43) 公開日 平成 1 0 年 ( 1 9 9 8 ) 6 月 1 9 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所	
H01L 21/304	321		H01L 21/304	321	P
B24B 37/00			B24B 37/00		H
C09K 3/14	550		C09K 3/14	550	D
				550	Z

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平 8 - 3 2 0 6 4 0  
(22) 出願日 平成 8 年 ( 1 9 9 6 ) 1 2 月 2 日

(71) 出願人 0 0 0 2 3 6 7 0 2  
株式会社フジインコーポレーテッド  
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領 2 丁目 1  
番地の 1  
(72) 発明者 児 玉 一 志  
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領 2 丁目 1  
番地の 1 株式会社フジインコーポレー  
テッド内  
(72) 発明者 伊 東 真 時  
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領 2 丁目 1  
番地の 1 株式会社フジインコーポレー  
テッド内  
(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外 2 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 銅の研磨用組成物

(57) 【要約】

【課題】 銅膜の研磨速度が大きく、スクラッチおよび、ディッシングの発生が少なく、適度な選択比およびその他の基本的な研磨性能を有し、かつ保存時の経時変化が小さくて安定性が良好である、銅膜の研磨用組成物の提供。

【解決手段】 二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウムからなる群より選ばれる研磨材および水を含んでなる銅膜の研磨用組成物であって、さらにこの組成物中に溶存している鉄 ( I I I ) 化合物を含んでなることを特徴とする、銅膜の研磨用組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウムからなる群より選ばれる研磨材および水を含んでなる銅膜の研磨用組成物であって、さらにこの組成物中に溶存している鉄 ( I I I ) 化合物を含んでなることを特徴とする、銅膜の研磨用組成物。

【請求項 2】鉄 ( I I I ) 化合物が、鉄塩である、請求項 1 に記載の研磨用組成物。

【請求項 3】鉄 ( I I I ) 化合物が有機酸鉄塩である、請求項 2 に記載の研磨用組成物。 10

【請求項 4】鉄 ( I I I ) 化合物が無機酸鉄塩である、請求項 2 に記載の研磨用組成物。

【請求項 5】鉄 ( I I I ) 化合物が、クエン酸鉄 ( I I I )、クエン酸アンモニウム鉄 ( I I I )、およびシュウ酸アンモニウム鉄 ( I I I ) からなる群から選ばれる、請求項 3 に記載の研磨用組成物。

【請求項 6】鉄 ( I I I ) 化合物が、硫酸アンモニウム鉄 ( I I I )、過塩素酸鉄 ( I I I )、塩化鉄 ( I I I )、および硫酸鉄 ( I I I ) からなる群より選ばれる、請求項 4 に記載の研磨用組成物。 20

【請求項 7】鉄 ( I I I ) 化合物の含有量が、研磨材の重量を基準にして 0 . 0 1 ~ 4 0 重量%である、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の研磨用組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体、フォトマスク、および合成樹脂等各種工業製品またはその部材の研磨に使用される研磨用組成物に関し、特に半導体産業等におけるデバイスウェーハの表面平坦化加工に好適な研磨用組成物に関するものである。 30

【 0 0 0 2 】さらに詳しくは、本発明は、従来より C M P 技術 ( 詳細後記 ) が適用されている配線材料である金属、特に銅膜、の研磨において研磨速度が大きく、優れた研磨表面を形成できると同時に、高度なデバイス形成技術に適用可能な研磨用組成物に関するものである。

## 【 0 0 0 3 】

【従来の技術】近年のコンピューターを始めとする所謂ハイテク製品の進歩は目覚ましく、これに使用される部品、例えば U L S I、は年々高集積化・高速化の一途をたどっている。これに伴い、半導体装置のデザインルールは年々微細化が進み、デバイス製造プロセスでの焦点深度は浅くなり、パターン形成面に要求される平坦性は厳しくなっている。 40

【 0 0 0 4 】また、配線の微細化による配線抵抗の増大に対処するため、デバイスの多層化による配線長の短縮が行われているが、形成されたパターン表面の段差が多層化の障害として問題化してきている。

【 0 0 0 5 】このような微細化および多層化を行うに当 50

たっては、そのプロセス中で段差を取り除くための所望表面の平坦化を行うことが必要であり、この手法として、これまではスピニングラス、レジストエッチバックおよびその他の平坦化法が用いられていた。

【 0 0 0 6 】しかし、これらの手法では、部分的な平坦化は可能であるが、次世代のデバイスに要求されるグローバルプレナリゼーション ( 完全平坦化 ) を達成することは困難な状況であり、現在では機械的ないし物理的研磨と化学的研磨とを組み合わせたメカノケミカル研磨加工による平坦化 ( Chemical Mechanical Polishing、以下「 C M P 」という ) が検討されるようになってきている。

【 0 0 0 7 】一方、 C M P 加工技術は配線材料であるアルミニウム、タングステンまたは銅膜およびポリシリコン膜等、層間絶縁膜である二酸化ケイ素膜などの平坦化や、素子分離およびその他への適用が検討されている。

【 0 0 0 8 】配線材料の平坦化を実施するに当たっての技術課題は、平坦化加工する面を研磨による取代の過不足なく均一に仕上げること、かつ所定の取代で研磨を終了させることである。一般的には研磨対象である金属膜の下層に二酸化ケイ素膜を配し、二酸化ケイ素膜をストッパーとして研磨が行われることが多い。これに際して用いられる研磨剤としては、金属膜を効率よく加工することができ、一方、二酸化ケイ素膜に対してはこれを研磨しない研磨剤が好適であることが理解できる。

【 0 0 0 9 】一般的に、二酸化ケイ素膜に対して配線材料である金属膜がどれだけ研磨され易いかを表す指標として、研磨剤により金属膜が研磨される速度と、二酸化ケイ素膜が研磨される速度との比である選択的研磨速度比 ( 以下、「選択比」という ) が用いられる。これは、研磨剤により金属膜が研磨される速度を二酸化ケイ素膜のそれで除することで求められる。

【 0 0 1 0 】この選択比の定義によれば、研磨剤が二酸化ケイ素膜を研磨する速度は一定でも、金属膜を研磨する速度が大きい程、また、金属膜を研磨する速度が一定でも、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が小さい程、選択比は高くなる。勿論、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が 0 に近く、かつ、金属膜を研磨する速度がより大きい研磨剤が要求されていることは言うまでもない。

【 0 0 1 1 】しかし、金属膜を研磨する速度が大きくても、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が大きいものは、いくら選択比が高くても必要とされない。むしろ二酸化ケイ素膜は研磨を止めるストッパーであるため、金属膜を研磨する速度がやや小さくても、選択比が高く、かつ二酸化ケイ素膜を研磨する速度がより 0 に近いものの方が実用的である。

【 0 0 1 2 】さらに、この選択比があまりに高すぎると、ディッシング ( Dishing ) の問題が発生しやすくなる。ディッシングとは、例えば金属配線を表面に有するウェーハを研磨する際、研磨により金属配線部表面がウ

ウェーハ表面全体よりも過剰に研磨、またはエッチングされることにより、金属配線部にくぼみが発生することをいう。このディッシングは金属配線部の断面積を減らすために、電気抵抗の増大を起こしたり、配線の断線の原因となりうる。なお、ここでエッチングとは、金属膜部分が研磨剤組成物により化学的に浸食されることをいう。

【0013】本発明者らは、配線材料である金属膜の研磨において、金属膜を研磨する速度が大きく、かつ研磨面の表面状態の優れた被研磨物が得られると同時に、比較

【0014】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この組成物は、銅膜に対するエッチング作用が強いためにディッシングが発生しやすい傾向にあった。また、金属膜を研磨する速度が大きいために選択比は比較的高いものの、二酸化ケイ素膜を研磨する速度も大きいために改良の余地があった。

【0015】一般に、銅膜の研磨には、酸化アルミニウム、過酸化水素および水を含む研磨用組成物が使用されている。しかし、過酸化水素は空气中で自然分解するために安定性が極めて悪く、これを使用した研磨用組成物は、調製後短時間しかその性能を安定に維持することができず、その組成物が充填されている容器も数日～数週間で膨張などの変化をする。また、銅膜を研磨する速度が十分ではないと同時に選択比も小さく、さらに研磨された表面にスクラッチが発生するという問題もあった。

【0016】また、一般に、ウェーハ上の金属膜は約500～600nmの厚さで成膜されているのに対し、一般的な研磨用組成物の金属膜を研磨する速度は数百nm/分である。このため、金属膜を研磨する速度が大きすぎる研磨用組成物は、研磨開始後、ごく短時間で金属膜を除去してしまう。二酸化ケイ素膜上に金属膜を堆積させたウェーハを研磨用組成物で研磨する場合には、金属膜が除去された直後に的確に研磨を終了しなければ、ストッパーである二酸化ケイ素膜にまで研磨が及んでしまう。ほとんどの場合、研磨用組成物の二酸化ケイ素膜を研磨する速度も0ではないため、金属膜が除去されてなお研磨が継続されれば、二酸化ケイ素膜さえも研磨されて、極端な場合には除去されてしまう。このことからわかるように、CMP加工技術において終点検出は非常に重要であり、終点を的確に検出可能な範囲、すなわちプロセスにあった研磨速度を有した研磨用組成物が求められていた。

【0017】なお、例えば二酸化ケイ素膜の上に金属膜を堆積させた膜付ウェーハを研磨する場合、部分的に二酸化ケイ素膜が露出した時点で金属膜の研磨を終了する必要がある。この時点を「終点」といい、この終点を見

つけ出すことを「終点検出」という。終点検出の方法については種々検討が行なわれており、例えば研磨中、研磨定盤下からレーザー光をウェーハにあてて残存膜厚を測定する方法およびその他が提案されているが、どれも十分な実用域に達していないのが現状である。このため、研磨用組成物の有する研磨速度から、ある一定厚さの金属膜を除去するのに必要な時間を算出し、この時間内研磨を行なうことで終点とする方法が一般的である。

【0018】本発明は前記の課題を解決するためになされたもので、半導体基盤表面上に施された配線材料である銅膜をCMP加工技術により平坦化させるのに用いられる研磨用組成物に従来より求められていた、銅膜の研磨速度が大きく、スクラッチおよび、ディッシングの発生が少なく、適度な選択比およびその他の基本的な研磨性能を有し、かつ保存時の経時変化が小さくて安定性が良好な研磨用組成物を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【発明の概要】

<要旨>本発明の銅膜の研磨用組成物は、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウムからなる群より選ばれる研磨材、鉄(III)化合物、ならびに水を含んでなること、を特徴とするものである。

【0020】<効果>本発明の研磨用組成物は、銅膜の研磨速度が大きく、スクラッチおよび、ディッシングの発生が少なく、適度な選択比およびその他の基本的な研磨性能を有し、かつ保存時の経時変化が小さくて安定性が良好である。

【0021】【発明の具体的説明】

<研磨材>本発明の研磨用組成物の成分の中で主研磨材として用いるのに適当な研磨材とは、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウムからなる群より選ばれる。また、これらの中から複数のものを選んで併用してもよい。

【0022】二酸化ケイ素には、コロイダルシリカ、フュームドシリカ、およびその他の、製造法や性状の異なるものが多種存在する。

【0023】酸化アルミニウムにも、 $\alpha$ -アルミナ、 $\delta$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\kappa$ -アルミナ、およびその他の形態的に異なる物がある。また製造法からフュームドアルミナと呼ばれるものもある。

【0024】酸化セリウムには、酸化数から3価のものと4価のもの、また結晶系から見て、六方晶系、等軸晶系、および面心立方晶系のものがある。

【0025】窒化ケイ素は、 $\alpha$ -窒化ケイ素、 $\beta$ -窒化ケイ素、アモルファス窒化ケイ素、およびその他の形態的に異なる物がある。

【0026】酸化ジルコニウムは、結晶系から見て、単

10

20

30

40

50

斜晶系、正方晶系、および非晶質のものがある。また、製造法からフュームドジルコニアと呼ばれるものもある。

【0027】本発明の組成物には、これらのものを任意に、必要に応じて組み合わせて、用いることができる。その組み合わせ方や使用する割合は特に限定されない。

【0028】上記の研磨材は、砥粒としてメカニカルな作用により被研磨面を研磨するものである。このうち二酸化ケイ素の粒径は、BET法により測定した平均粒子径で一般に0.005~0.5 $\mu$ m、好ましくは0.01~0.2 $\mu$ m、である。また、酸化アルミニウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウムの粒径は、BET法により測定した平均粒子径で一般に0.01~10 $\mu$ m、好ましくは0.05~3 $\mu$ m、である。さらに、酸化セリウムの粒径は、走査電子顕微鏡により観察される平均粒子径で、一般に0.01~10 $\mu$ m、好ましくは0.05~3 $\mu$ m、である。

【0029】これらの研磨材がここに示した範囲を超えると、研磨された表面の表面粗さが大きかったり、スクラッチが発生したりするなどの問題があり、逆に、ここに示した範囲よりも小さいと研磨速度が極端に小さくなってしまい実用的でない。

【0030】研磨用組成物中の研磨材の含有量は、通常、組成物全量に対して一般に0.1~50重量%、好ましくは1~25重量%、である。研磨材の含有量が余りに少ないと研磨速度が小さくなり、逆に余りに多いと均一分散が保てなくなり、かつ組成物粘度が過大となって取扱いが困難となることがある。

【0031】また、鉄(III)化合物は、研磨促進剤として、ケミカルな作用により研磨作用を促進するものである。使用する鉄(III)化合物は、組成物中に溶存していることが必要であり、鉄塩であることが好ましい。さらに、この鉄塩は、有機酸鉄塩または無機酸鉄塩のいずれであってもよい。用いる鉄(III)化合物は、本発明の効果を損なわないものであれば特に限定されないが、具体的には、硫酸アンモニウム鉄(III)、過塩素酸鉄(III)、塩化鉄(III)、硫酸鉄(III)、クエン酸鉄(III)、クエン酸アンモニウム鉄(III)、およびシュウ酸アンモニウム鉄(III)からなる群から選ばれることが好ましい。これらの鉄(III)化合物は任意の割合で併用してもよい。

【0032】さらに、本発明の組成物において、配合する鉄化合物として鉄(II)化合物を用いることもできる。この場合には、鉄(II)化合物は組成物中で酸化されて3価とされる。この酸化反応は、さらなる酸化剤の添加によるものであってもよいし、空気中の酸素によるものであってもよい。

【0033】本発明の研磨用組成物の鉄(III)化合物の含有量は、それぞれの化合物の効果により異なる

が、研磨用組成物の全量に対して、好ましくは0.01~40重量%、さらに好ましくは0.05~20重量%、である。鉄(III)化合物の添加量を増量することで、本発明の効果がより強く発現する傾向があるが、過度に多いと、改良の度合いが小さくなり、経済的なデメリットが生じることもある。

【0034】＜研磨用組成物＞本発明の研磨用組成物は、一般に上記の各成分、すなわち二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウムからなる群より選ばれる研磨材を所望の含有率で水に混合し、分散させ、さらに鉄(III)化合物を溶解させることにより調製する。これらの成分を水中に分散または溶解させる方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌したり、超音波分散により分散させる。また、これらの混合順序は任意であり、研磨材の分散と、鉄(III)化合物の溶解のどちらを先に行ってもよく、また同時に行ってもよい。

【0035】また、上記の研磨用組成物の調製に際しては、製品の品質保持や安定化を図る目的や、被加工物の種類、加工条件およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤をさらに加えてもよい。

【0036】すなわち、さらなる添加剤の好適な例としては、(イ)セルロース類、例えばセルロース、カルボキシメチルセルロース、およびヒドロキシエチルセルロース、(ロ)水溶性アルコール類、例えばエタノール、プロパノール、およびエチレングリコール、(ハ)界面活性剤、例えばアルキルベンゼンスルホン酸ソーダおよびナフタリンスルホン酸のホルマリン縮合物、(ニ)有機ポリアニオン系物質、例えばリグニンスルホン酸塩、およびポリアクリル酸塩、(ホ)無機塩類、例えば硫酸アンモニウム、塩化マグネシウム、酢酸カリウム、および硝酸アルミニウム、(ヘ)水溶性高分子(乳化剤)類、例えばポリビニルアルコール、(ト)酸化チタニウム、例えばチタニア、フュームドチタニア、およびその他、が挙げられる。

【0037】本発明の研磨用組成物は、その主要成分の添加によりpHが7以下となるのが普通である。各種の補助添加剤の添加により研磨用組成物のpHは変動するが、本発明の効果を発現させるためにはpHが7以下であることが好ましい。従って、研磨用組成物のpHが7を超えるときには、酸などの添加によりpHを調整することが好ましい。

【0038】本発明の研磨用組成物が研磨する対象となる銅膜は、半導体基盤表面上に施された配線用の銅膜である。この銅膜を形成する銅は、配線用に用いられるものであればいかなるものであってもよく、例えば、金、銀、白金、亜鉛、アルミニウム、タングステン、およびその他、が配合されたものであってもよい。

【0039】また、本発明の研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製して貯蔵または輸送などをし、実

際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したのであり、このような使用方法をとる場合、貯蔵または輸送などをされる状態においてはより高濃度の溶液となることは言うまでもない。

【 0 0 4 0 】なお、本発明の研磨用組成物が銅膜の平坦化において、スクラッチやディッシングなどの表面欠陥の発生が少なく、銅膜を研磨する速度が大きく、また、研磨用組成物として安定性に優れる理由について、機

構的な解明は行っていないが、以下のように推察される。  
【 0 0 4 1 】スクラッチの発生が少ない理由に関しては、鉄 ( I I I ) 化合物の鉄イオンによる研磨材粒子間の適度な凝集 / 分散状態が、過度に大きな凝集物の発生を防ぐためであると考えられる。また、ディッシングの発生が少ない理由に関しては鉄 ( I I I ) イオンは銅膜に対して、適度にエッチング作用をするためと考えられる。さらに、銅膜を研磨する速度が大きいことの理由に関しては、鉄 ( I I I ) イオンにより銅膜が化学的変化を受けてもろくなり、研磨材のメカニカルな作用による研磨効果を受けやすくなるためと考えられる。

【 0 0 4 2 】上述のようにして調製された本発明の研磨用組成物は、安定性が優れており、かつ、スクラッチやその他の表面欠陥、ならびにディッシングの発生が少ないことより、半導体デバイス、フォトマスク、合成樹脂およびその他の研磨に使用可能であるが、銅膜の研磨速度が大きく、適度な選択比を有していることから、半導体産業におけるデバイスウェーハ上の銅膜の平坦化において好適である。

【 0 0 4 3 】以下は、本発明の研磨用組成物を例を用いて具体的に説明するものである。なお、本発明は、その要旨を超えない限り、以下に説明する諸例の構成に限定されない。

【 0 0 4 4 】

【 発明の実施の形態 】

< 研磨用組成物の内容および調製 > まず、研磨材として、コロイダルシリカ ( 一次粒径 0 . 0 3 5  $\mu$  m ) 、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素、および酸化ジルコニウム ( それぞれ一次粒径 0 . 2  $\mu$  m ) を攪拌機を用いてそれぞれ水に分散させて、研磨材濃度 1 0 重量 % のスラリーを調製した。次いでこのスラリーに表 1 に記載した鉄 ( I I I ) 化合物を各々 0 . 1 m o l / リットル添加して、実施例 1 ~ 7 および比較例 1 ~ 4 の試料を調製した。

【 0 0 4 5 】 < 研磨試験 > 次に、これらの試料による研磨試験を行った。被加工物としては、スパッタリング法

により銅膜を成膜した 6 インチ・シリコンウェーハおよび熱酸化法により二酸化ケイ素膜を成膜した 6 インチ・シリコンウェーハ ( いずれも外径約 1 5 0 m m ) の基盤を使用し、それぞれアルミニウム膜および二酸化ケイ素膜の膜付き面を研磨した。

【 0 0 4 6 】研磨は片面研磨機 ( 定盤径 5 7 0 m m ) を使用して行った。研磨機の定盤には不織布タイプの研磨パッド ( フジインコーポレーテッド製 S u r f i n I I 1 - 1 ) を貼り付け、まずアルミニウム膜付ウェーハを装填して 2 分間研磨し、次にウェーハを二酸化ケイ素膜付ウェーハに取り換えて同様に 2 分間研磨した。

【 0 0 4 7 】研磨条件は、加工圧力 4 9 0 g / c m <sup>2</sup> 、定盤回転数 3 0 r p m 、研磨剤組成物供給量 1 5 0 c c / 分、ウェーハ回転数 3 0 r p m とした。

【 0 0 4 8 】研磨後、ウェーハを順次洗浄、乾燥した後、研磨によるウェーハの膜厚減を 4 9 点測定することにより、各試験別に研磨速度を求めた。

【 0 0 4 9 】さらに、銅膜が研磨される速度を二酸化ケイ素膜のそれで除することにより、選択比を求めた。

【 0 0 5 0 】スクラッチについては、研磨後、ウェーハを洗浄・乾燥し、暗室内にてスポットライトをあて、目視でスクラッチの有無を判定した。その基準は下記の通りである。

◎ : スクラッチは目視確認されない。

○ : スクラッチはほとんど目視確認されない

△ : スクラッチはいくらか目視確認されるが、問題とならないレベルである。

× : スクラッチはかなり目視確認され、問題となるレベルである。

【 0 0 5 1 】また、ディッシングの評価のために代用特性としてエッチング速度を測定した。エッチング速度は、銅膜付きウェーハを一定時間、各研磨用組成物に浸漬し、浸漬前後の膜厚の変化を測定し、それを浸漬時間で除することで求めた。ここでエッチング速度の大きいものほどディッシングが発生することは明らかであろう。このようにしてエッチング速度を測定し、下記の基準により評価した。

◎ : エッチング速度 0 . 5 n m / 分未満

○ : エッチング速度 0 . 5 ~ 1 n m / 分

△ : エッチング速度 1 ~ 1 0 n m / 分

× : エッチング速度 1 0 n m / 分超

得られた結果は、表 1 に示すとおりであった。

【 0 0 5 2 】

【 表 1 】

10

20

30

40

		研磨材	鉄 ( I I ) 化合物	研磨速度 [ nm / 分 ]		選択比 ( Cu 膜 / SiO <sub>2</sub> 膜 )	スクラッチ	エッチング
				Cu 膜	SiO <sub>2</sub> 膜			
実施例	1	コロイダルシリカ	ケエン酸鉄 ( I I )	299	32	9.3	◎	◎
	2	酸化アルミニウム	ケエン酸鉄 ( I I )	320	35	9.1	△	◎
	3	酸化セリウム	ケエン酸鉄 ( I I )	382	41	9.4	△	◎
	4	酸化ケイ素	ケエン酸鉄 ( I I )	482	60	8.0	△	◎
	5	酸化ジルコニウム	ケエン酸鉄 ( I I )	300	40	7.5	△	◎
	6	コロイダルシリカ	ケエン酸アンモニウム鉄 ( I I )	41	21	1.9	○	○
	7	コロイダルシリカ	シュウ酸アンモニウム鉄 ( I I )	78	29	2.7	○	○
比較例	1	コロイダルシリカ	—	23	50	0.5	△	◎
	2	コロイダルシリカ	( 過硫酸アンモニウム )	849	63	10.3	○	×
	3	コロイダルシリカ	( 過酸化水素 )	45	20	2.3	×	×
	4	酸化アルミニウム	( 過酸化水素 )	85	11	7.7	×	×

【 0053 】 表 1 に示した結果から、本発明の研磨用組成物は、銅膜を研磨する速度が大きく、またスクラッチおよびディッシングの両方について、優れた結果を示している。

【 0054 】 なお、表 1 には記載しなかったが、これらの試験で用いた試料の研磨済加工面を目視で評価したところ、実施例、比較例ともに、スクラッチ以外の表面欠陥は見出されなかった。また、本発明の研磨用組成物

は、調製後 1 カ月静置した場合においても、容器の膨張や組成物の色調変化など、組成物中成分の分解などによると考えられる変化は一切認められなかった。

【 発明の効果 】 本発明の研磨用組成物は、銅膜を研磨する速度が大きく、研磨済加工面にディッシング、スクラッチおよびその他の表面欠陥の発生が少なく、さらに保存時の安定性が良好であることは、【 発明の概要 】 の項に前記したとおりである。

フロントページの続き

(72) 発明者 鈴 村 聡

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目 1  
番地の 1 株式会社フジインコーポレー  
テッド内